



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
People's Democratic republic of Algeria
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministry of Higher Education and Scientific Research
جامعة عبد الحميد بن باديس - مستغانم
AbdelhamidIbnBadis University - Mostaganem
كلية العلوم والتكنولوجيا
Faculty of Sciences and Technology
قسم هندسة الطرائق
Department of ProcessEngineering



Department of Process Engineering

The Date

Ref :...../U.M/F.S.T/2023

قسم هندسة الطرائق

التاريخ:

رقم: / ج.م.ك.ع.ت//2023

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option : Génie Chimique

Thème

Activation d'un déchet végétal par diverse méthodes

Présenté par

- 1- Benchellikh Sihem
- 2- Bouali Mama

Soutenu le 19/06/ 2023 devant le jury composé de :

Présidente :	MEKIBES Zohra	MCB	Université de Mostaganem
Examinatrice :	MAHREZ Nouria	MCA	Université de Mostaganem
Encadrante :	DOUARA Nadia	MCB	Université de Mostaganem

Année Universitaire 2022/2023

Remerciements

Le mémoire présenté, ici, est le résultat d'un travail effectué au sein du laboratoire Structure, Elaboration et Application des Matériaux Moléculaires (SEAMM) de l'Université Abdelhamid IBN BADIS de Mostaganem.

Nous remercions vivement notre encadrante « Mme DOUARA Nadia » Maitre-de conférence A à l'Université de Mostaganem pour son encadrement, pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail en acceptant de diriger cette étude, pour sa disponibilité, et ses observations très utiles.

Nous remercions « Mr BENZEKRI Mokhtar » Maitre de conférences B à l'Université de Mostaganem pour son aide et ses conseils.

Nous remercions, également, les membres du jury « Mme MEKIBES Zohra » Maitre de conférences B à l'Université de Mostaganem et « Mme MAHREZ Nouria » Maitre de conférences A à l'Université de Mostaganem, qui nous ont faits l'honneur d'examiner et de juger ce travail.

Que, tous, trouvent, ici, l'expression de notre respect.

Enfin, nos meilleurs sentiments envers tous les professeurs du département de génie des procédés, ainsi que pour toute personne qui, de près ou de loin, nous a apportée son soutien.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail pour toi Mama hafsa.

Et à tous ceux que j'aime, à tous ceux qui m'ont soutenue, assistée et aidée.

Toute ma reconnaissance et mon amour à mes parents pour leur généreuse Assistance affective et matérielle. Cette étude n'aurait pu aboutir sans leurs Encouragements, leur patience, leur disponibilité et leur amour qui a renforcé ma Volonté d'aller au bout de ma démarche.

Je dédie ce travail aussi :

A ma grande mère et mon grand-père,

Mes très chères sœurs : imane, kenza et nourhane

Mon frère mohamednourism

Mon cher abdelelmadjid

À mon binôme de ce mémoire : Bouali mama

Mes très chers Amies hafsa, soumia, hayet. Imane, soumia, rahile. Merci pour votre solidarité.

Sihem

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail aux plus chères personnes :

À ma très chère mère Mama Houaria qui est ma source de force et de courage.

À mon cher père Naceur.

À ma grand-père Ahemadé.

À ma sœur Sara Et Ikeram.

À mes frères Nesreedine Et ZineEedine

À tous les membres de ma belle-famille.

À mon binôme de ce mémoire : Benchellikh Sihem

À toutes mes amiessoumia, hayet. Imane, soumia, rahile ,Nesrine ,Khiera et Chîmaa.

Mama

Résumé

Le charbon actif n'est pas un produit de son époque, mais son importance pour l'homme et l'environnement est connue depuis des milliers d'années, et son utilisation a balayé de nombreux magazines en raison de son incroyable capacité à capturer les toxines et les gaz nocifs, ou un phénomène appelé adsorption, on le trouve comme ingrédient dans les dentifrices ou comme composé dans toute préparation pharmaceutique, purification d'eau, extraction minérale, etc...

Dans notre travail Nous nous occupons ensuite de la préparation de trois charbons actifs pour les caractériser par différentes méthodes qui définissent les propriétés de ces charbons actifs préparés : la méthode Boehm ; l'indice diode, l'indice de bleu de méthylène,

Mots clés : Charbon actif, méthode de Boehm, pHpcz, l'indice d'iode, l'indice du bleu de méthylène

Abstract

Activated carbon is not a product of its time, but its importance to humans and the environment has been known for thousands of years, and its use has swept many magazines due to its incredible ability to capture toxins and harmful gases, or a phenomenon called adsorption. , it is found as an ingredient in toothpastes or as a compound in any pharmaceutical preparation, water purification, mineral extraction, etc...

Our research includes a "theoretical study" which presents a clear picture of activated carbon that many people do not know, so we understand it and discuss its texture and structure and then its properties. We then take care of the preparation of three activated carbons to then characterize them by different methods by certain parameters which define the properties of these prepared activated carbons: the Boehm method; the diode index, the methylene blue index, chemical characterization of activated carbon (pHpcz).

Finally, the prepared activated carbons were judged based on the results found for possible water treatment applications.

Keywords: activated carbon, Boehm method, pHpcz, iodine index, methylene blue index.

الملخص

الكربون المنشط ليس منتج العصر، لكن أهميته للبشر والبيئة معروفة منذ آلاف السنين، واكتسح استخدامه العديد من المجالات بسبب قدرته المذهلة على التقاط السموم والغازات الضارة، أو ظاهرة تسمى الامتزاز، يوجد كمكون في معاجين الأسنان أو كمركب في أي مستحضر صيدلاني، تنقية المياه، استخراج المعادن، إلخ

في هذا العمل نحرص على تحضير ثلاث عينات كربون منشط لتمييزها بعد ذلك بطرق مختلفة بمعلمات معينة تحدد خصائص هذه الكربونات المنشطة المحضرة: طريقة Boehm؛ مؤشر اليود، مؤشر الأزرق الميثيلين، التوصيف الكيميائي للكربون المنشط.

الكلمات المفتاحية: الكربون المنشط، طريقة بيوم، مؤشر الهيدروجيني pHpcz، مؤشر اليود، مؤشر الميثيلين الأزرق

SOMMAIRE

Remerciement

Dédicaces

الملخص

Résumé

Abstract

Liste de figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction Générale..... 1

Chapitre I : Synthèse Bibliographique

I.Généralités sur le charbon actif..... 3

I.1 Aspect historique 3

I.2 Définition 3

I.3 Les types de charbon actif..... 4

I.4 Structure poreuse du charbon actif 5

I.5 Préparation du charbon actif 5

I.5.1 Carbonisation 6

I.6 Processus d'activation 6

I.6.1 Activation physique 6

I.6.2 Activation chimique..... 6

I.7 Les nano composites 6

Chapitre II: Partie Expérimentale

II.Généralité..... 9

II.1 Protocole de préparation 9

II.1.1 Préparation du CA1 9

II.1.2 Préparation du CA2 9

II.1.3 Préparation du CA3	9
II.2 Caractérisation de charbon actif	11
II.2.1 Méthode de Burn-off	11
II.2.1.1 Résultat pour Burn-off et le rendement	11
II.2.2 Indice d'iode	12
II.2.2.1 Mode opératoire.....	12
II.2.2.2 Résultat pour l'indice diode.....	13
II.2.3 L'indice du Bleu de Méthylène	13
II.2.3.1 Mode opératoire.....	14
II.2.3.2 Dosage par spectrophotométrie	14
II.2.3.3 Loi d'absorption	14
II.2.3.4 Loi de BEER LAMBERT.....	14
II.2.4 Courbe d'étalonnage du Bleu de Méthylène	15
II.2.4.1 Résultat pour l'indice bleu méthylène	16
II.2.5 Méthode de pH de Point de Charge Zéro (PHP cz).....	17
II.2.5.1 Mode opératoire.....	17
II.2.5.2 Résultat pour pHpcz	18
II.2.6 Méthode de Boehm.....	18
II.2.6.1 Mode opératoire.....	19
II.2.6.2 Résultat pour Boehm	19
Conclusion générale	21

Liste des figures

Figure I - 1 : Structure d'un charbon actif	04
Figure I -2 : Représentation schématique de la structure poreuse du charbon actif	05
Figure II - 1 : Diagramme schématique du processus de classique du charbon active	10
Figure II -2 : Les résultats de burn-off et rendement pour les trios charbons actifs	11
Figure II -3 : Résultat d'analyse de l'indice d'iode	16
Figure II -4 : Courbe d'étalonnage de bleu du méthylène	17
Figure II -5 : Résultat de l'indice bleu méthylène pour trois charbons active	18

Liste des tableaux

Tableau I - 1 : Les différents types de charbon actif	04
Tableau I - 2 : Tailles des pores et surface spécifique des charbons actifs	05
Tableau II -1 : Les valeurs de burn-off et rendement pour les trois charbons actifs	11
Tableau II -2 : Propriété de texture obtenue par des études de l'indice d'iode	13
Tableau II -3 : Etablissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène	15
Tableau II -4 : Valeur de l'indice bleu méthylène pour les trois charbons actifs	16
Tableau II -5 : Représentation du pH _{PCZ} des trois différents charbons actifs	18
Tableau II -6 : Résultat d'analyse pour boehm pour les trois charbons actifs	19

Liste des abréviations

CA1 : Charbon actif 01

CA2 : Charbon actif 02

CA3 : Charbon actif 03

CAP : charbon actif en poudre

CAG : charbon actif en grain

J.C : Avant Jésus-Christ : Utilisé pour nommer les années, les siècles et les millénaires avant l'année supposée de la naissance de Jésus-Christ

pH_{PCZ} : pH de point charge zéro d'un charbon actif

BM : bleu de méthylène

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

La pollution de l'eau est l'un des problèmes les plus importants auxquels sont confrontés les humains et l'environnement, en particulier après les développements technologiques qui accompagnent la vie contemporaine. Cette pollution est causée par les produits chimiques industriels, les hydrocarbures, les phénols et surtout les colorants. C'est la source de la dégradation de l'environnement, qui à son tour a attiré l'attention de nombreux chercheurs et agences environnementales pour rechercher des solutions au problème de la pollution [1].

Dont l'adsorption est le procédé le plus employée [2], Par conséquent, est l'une des plus importantes de ces techniques en raison de sa grande efficacité dans ce domaine, de la simplicité de la technique utilisée à cette fin et de son faible coût économique dans cette technique par rapport à d'autres méthodes. Il est utilisé comme adsorbant pour éliminer différents types de polluants en raison de sa grande capacité d'adsorption, mais en raison de son coût. Des matériaux alternatifs et respectueux de l'environnement doivent être trouvés et de nombreux chercheurs se sont récemment consacrés au développement de nouveaux adsorbants utilisant certains matériaux d'origine naturelle [3].

Ce travail est issu d'une étude plus. Le charbon, traditionnellement utilisé comme combustible, est également utilisé pour fabriquer des électrodes, des fibres de carbone, des catalyseurs et des matières premières. Les adsorbants sous forme de charbon actif raffiné sont d'abord utilisés en raison de leur haute Teneur en carbone et ses propriétés. Le charbon actif est un matériau solide résistant aux hautes températures dont la capacité d'adsorption est déterminée par le volume des pores et les principaux groupes fonctionnels contenant de l'oxygène, qui sont situés dans la surface. Les principales applications du charbon actif comprennent la purification de l'eau potable, la décoloration, la désodorisation et la détoxification générale, ainsi que la purification de l'air et des produits chimiques et alimentaires [4].

Notre sujet explique comment préparer du charbon actif à partir de déchets végétaux à travers trois procédés de préparation différents, et les caractériser à l'aide de différentes méthodes de caractérisation afin d'obtenir un produit applicable dans le traitement des eaux.

Ce mémoire comprend deux parties :

Une recherche bibliographique contenant des rappels sur l'adsorption, les adsorbants et les méthodes de caractérisation.

INTRODUCTION GENERALE

Une partie expérimentale, dans laquelle on étudie l'effet de paramètres influençant à la préparation d'un charbon actif.

Ce travail est clôturé par une conclusion générale qui résume les résultats de notre travail et les perspectives envisagées.

Chapitre I :

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Généralités sur le charbon actif

Le charbon actif est une forme poreuse de charbon qui peut être fabriqué à partir de diverses matières premières carbonées tels que les coques de noix de coco, les coques de fruits amandes, noyaux de pêches, pépins de raisin, noyaux d'abricots, noyaux de cerises, noyaux d'olive, coques d'arachides, balles de riz, bidons d'huile palme et bagasse [5]. Ce sont généralement les adsorbants les plus couramment utilisés pour l'élimination des Composés organiques et micro-organismes dans l'air et l'eau. N'importe lequel avec haute teneur en carbone, peut être utilisé comme matière première pour la production charbon actif.

Le charbon actif est couramment utilisé pour traiter et décontamination des déchets et des eaux usées, principalement en raison de sa structure très poreuse et leur grande surface spécifique. Les propriétés physiques et chimiques du charbon actif cela dépend essentiellement des conditions de préparation, qui peuvent être basées sur les processus d'activation physiques ou chimiques favorisent la formation de nouveaux pores. C'est l'expansion de la taille des pores du charbon actif pendant le processus d'activation, adsorbe efficacement [6] les micro-organismes et autres colorants des solutions aqueuses.

I.1 Aspect historique

L'histoire du charbon actif remonte aux anciens Égyptiens en 1550 av. M Ils l'ont utilisé en chirurgie pour purifier l'eau, puis en 1900 après JC. Il a été utilisé dans les exploitations sucrières comme substitut du charbon animal, puis l'utilisation du charbon actif dans les masques à gaz pendant la première guerre mondiale continue de croître à ce jour. [7]

I.2 Définition

Le charbon actif est un adsorbant hautement poreux. Il est constitué d'atomes de carbone organisés en feuillets selon une structure graphite. Les charbons actifs jouent un rôle très important dans la protection de l'environnement, purification de l'eau, élimination des polluants atmosphériques, la purification des gaz, la séparation des mélanges de gaz et la récupération des solvants [8,9].

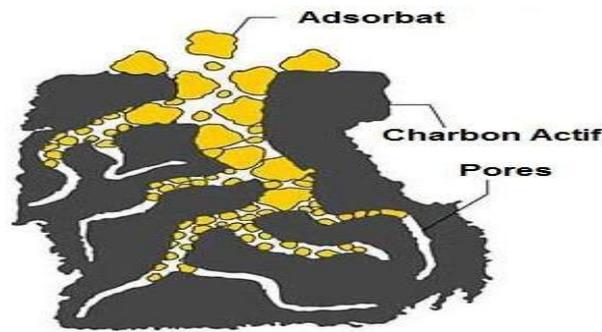


Figure I.1 : Structure d'un charbon actif

I.3 Les types de charbon actif

Selon leurs applications, les charbons actifs sont disponibles soit en poudre (CAP), soit en grains (CAG) et extrudé. **Tableau I. 1.** Les différents types de charbon actif [10]

Charbon actif en poudre	Charbon actif granulé	Le charbon actif extrudé
<p>- Particules de taille inférieure à 0,18 mm</p> <p>- Principalement utilisé dans les applications Phase liquide et pour la manipulation de flux gazeux.</p> <p>- 2 à 3 fois moins cher que (CAG).</p> 	<p>-Particules de forme irrégulière, de taille variable 0,2 mm à 5 mm</p> <p>- Pour les applications en phase liquide (traitement de l'eau) et en phase gazeuse. Ce composé est faible Le poids moléculaire contribue à la longévité, Possède une grande capacité d'adsorption.</p> 	<p>- Cylindrique, dont le diamètre varie de 0,8 mm à 5 mm</p> <p>- Principalement utilisé dans les applications en phase gazeuse en raison de sa faible perte de charge et de sa faible teneur en poussière.</p> 

I.4 Structure poreuse du charbon actif

Les pores sont classés en trois types de porosité selon leur diamètre, et selon la définition de l'IUPAC [11], la porosité est classée de la manière suivante :

Tableau I.2 : Tailles des pores et surface spécifique des charbons actifs

	Micropores	Mésopores	Macropores
Diamètre (Å)	Inférieur à 20	20-500	Supérieur à 500
Volume poreux (m³ /g)	0.15-0.5	0.02-0.1	0.2-0.5
Surface spécifique (m² /g)	100-1000	10-100	0.5-2

La surface spécifique est directement dépendante de la porosité : plus la microporosité est importante, plus la surface spécifique est importante. L'adsorption sur les surfaces macroporeuses est généralement négligeable par rapport à l'adsorption dans les micropores et les mésopores.

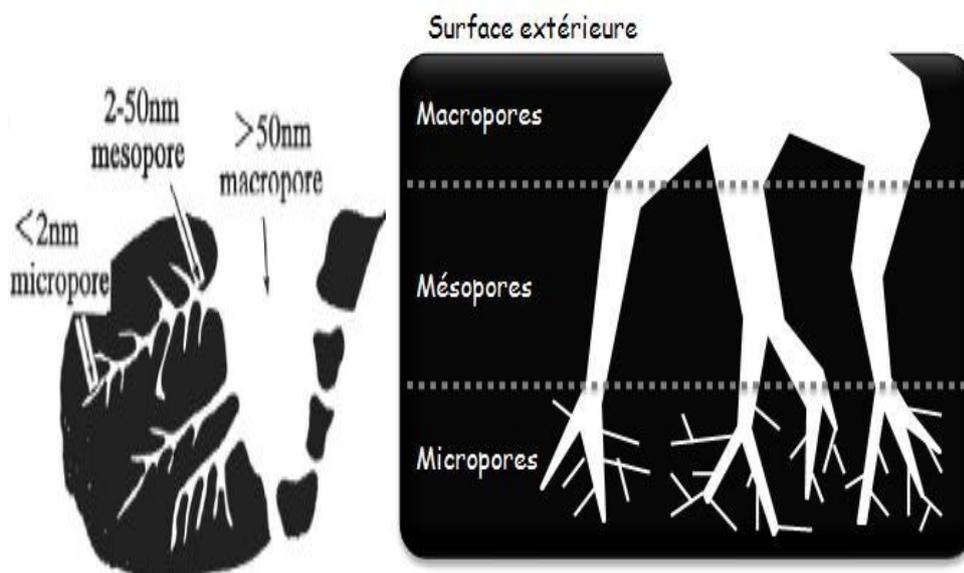


Figure I, 2 : Représentation schématique de la structure poreuse du charbon actif

I.5 Préparation du charbon actif

Le charbon actif est fabriqué à partir d'un grand nombre de matières végétales, animales ou minérales riches en carbone, telles que : bois, coques de noix de coco, minéraux carbonés, etc. [12] La préparation du charbon actif s'effectue en deux étapes :

I.5.1 Carbonisation

Cette étape consiste à pyrolyse des matières premières non hydratables en milieu légèrement oxydé à des températures comprises entre 200°C et 600°C [13], et lorsque les hétéroatomes sont éliminés, la matière s'enrichit en atomes de carbone et présente des formes irrégulières s'organise et se disperse couches aromatiques. Des espaces sont laissés entre eux, et ces vides confirment la présence de porosité native. La surface spécifique du rendement en carbone était de 10 mg [14].

I.5.2 Processus d'activation

L'activation de ces charbons actifs peut être réalisée par deux méthodes différentes : l'activation chimique et l'activation physique, qui diffèrent principalement par le procédé et l'activateur utilisé [15].

I.5.2.1 Activation physique

Le processus consiste à activer des matériaux précurseurs qui ont été préalablement carbonisés à des températures élevées. Les échantillons sont activés entre 800 et 1100°C dans une atmosphère oxydante (principalement du dioxyde de carbone et/ou de la vapeur d'eau). Un contrôle minutieux du processus de remplacement des atomes de carbone par gazéification en dioxyde de carbone ou en vapeur d'eau, communément appelé grade de consommation, permet de sélectionner les propriétés d'adsorption des charbons actifs [15].

I.5.2.2 Activation chimique

L'activation chimique est réalisée sous atmosphère inerte à des températures comprises entre 400°C et 600°C. Cette étape se produit après imprégnation du précurseur avec un activateur, qui peut être de l'acide phosphorique (H_3PO_4), du chlorure de zinc ($ZnCl_2$), des carbonates alcalins, de l'hydroxyde de potassium (KOH) et de l'hydroxyde de sodium (NaOH). Ce processus donne du charbon actif avec une structure plus grande, idéale pour adsorber de grosses molécules. L'activation chimique est suivie d'étapes de neutralisation et de lavage pour éliminer les réactifs chimiques et les produits de réaction inorganiques [15].

I.6 Les nano composites

Pour améliorer les performances des adsorbants traditionnels, divers travaux et techniques ont été utilisés pour synthétiser de nouveaux matériaux composites, parmi lesquels on a trouvé des nanomatériaux, tels que les nano adsorbants, également appelés nanoparticules [16]. Ce sont des particules à l'échelle de 1 à 100 nm, connues pour leur résistance et leurs sites actifs élevés [17], qui leur confèrent une capacité d'adsorption élevée, et de plus, elles sont faciles à récupérer en raison de leurs propriétés magnétiques [18].

C'est dans ce contexte que nos travaux portent sur la préparation de nano composites en modifiant les adsorbants classiques tels que l'argile et le charbon actif, ainsi qu'en combinant l'agar bio polymère avec des nanoparticules d'oxyde de fer.

Chapitre II :

PARTIE EXPERIMENTALE

II. Généralité

L'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement des déchets solides induits par les différentes activités et transformations humaines, a suscité l'attention des industriels à trouver les moyens techniques pour réduire sinon valoriser ces déchets. Pour le cas des résidus ligno-cellulosiques 'noyaux d'olive, de pêche, les coques d'amandes, etc..., les fabricants ont trouvé des applications dans la production de charbons actifs. Ces charbons sont utilisés à leurs tours dans les filières de traitement des eaux, purification de produits, adsorption de gaz etc. L'emploi de ces supports filtrants ou adsorbants dans les domaines cités, nécessite cependant une connaissance de structure et de texture du matériau fabriqué à savoir son rendement, burn-off, pH_{zpc} , surface spécifique, indice d'iode et indice de bleu de méthylène etc. La connaissance de ces paramètres de caractérisation aide à l'explication des phénomènes qui régissent l'efficacité et la durabilité du charbon utilisé.

Dans le but de valoriser les matériaux locaux en charbon actif, nous avons préparé trois charbons actifs à partir d'une biomasse locale par différent traitement.

II.1 Protocole de préparation

II.1.1 Préparation du CA1

Dans un erlenmeyer, on mélangeons $FeCl_3$, $MgCl_2$ et acétate de zinc à masse définie avec 20 g de biomasse et 75 mL eau distillée, ajouter 75 mL d'éthanol, agiter pendant 24 h, à la fin les Précurseurs sont séparés par filtration puis séché dans une étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24 heures, l'activation thermique est réalisée dans un four a chauffage pendant 4heure à $350^{\circ}C$ puis à $600^{\circ}C$ pendant 2h et enfin le charbon actif obtenu est lavée plusieurs fois avec l'eau distillée.

II.1.2 Préparation du CA2

Dans un erlenmeyer, on mélangeons $FeCl_3$ et **acétate de zinc** avec 20 g de biomasse et 75 mL eau distillée, ajouter 75 mL d'éthanol, agiter pendant 24 h, à la fin les Précurseurs sont séparés par filtration puis séché dans une étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24 heures, l'activation thermique est réalisée dans un four a chauffage pendant 4heure à $350^{\circ}C$ puis à $600^{\circ}C$ pendant 2h et enfin le charbon actif obtenu est lavée plusieurs fois avec l'eau distillée.

II.1.3 Préparation du CA3

Dans un erlenmeyer, on mélangeons $FeCl_3$ et $MgCl_2$ avec 20 g de biomasse et 75 mL eau distillée, ajouter 75 mL d'éthanol, agiter pendant 24 h, à la fin les Précurseurs sont séparés par

filtration puis séché dans une étuve à 105°C pendant 24 heures, l'activation thermique est réalisée dans un four à chauffage pendant 4heure à 350°C puis à 600 °C pendant 2h et enfin le charbon actif obtenu est lavée plusieurs fois avec l'eau distillée.

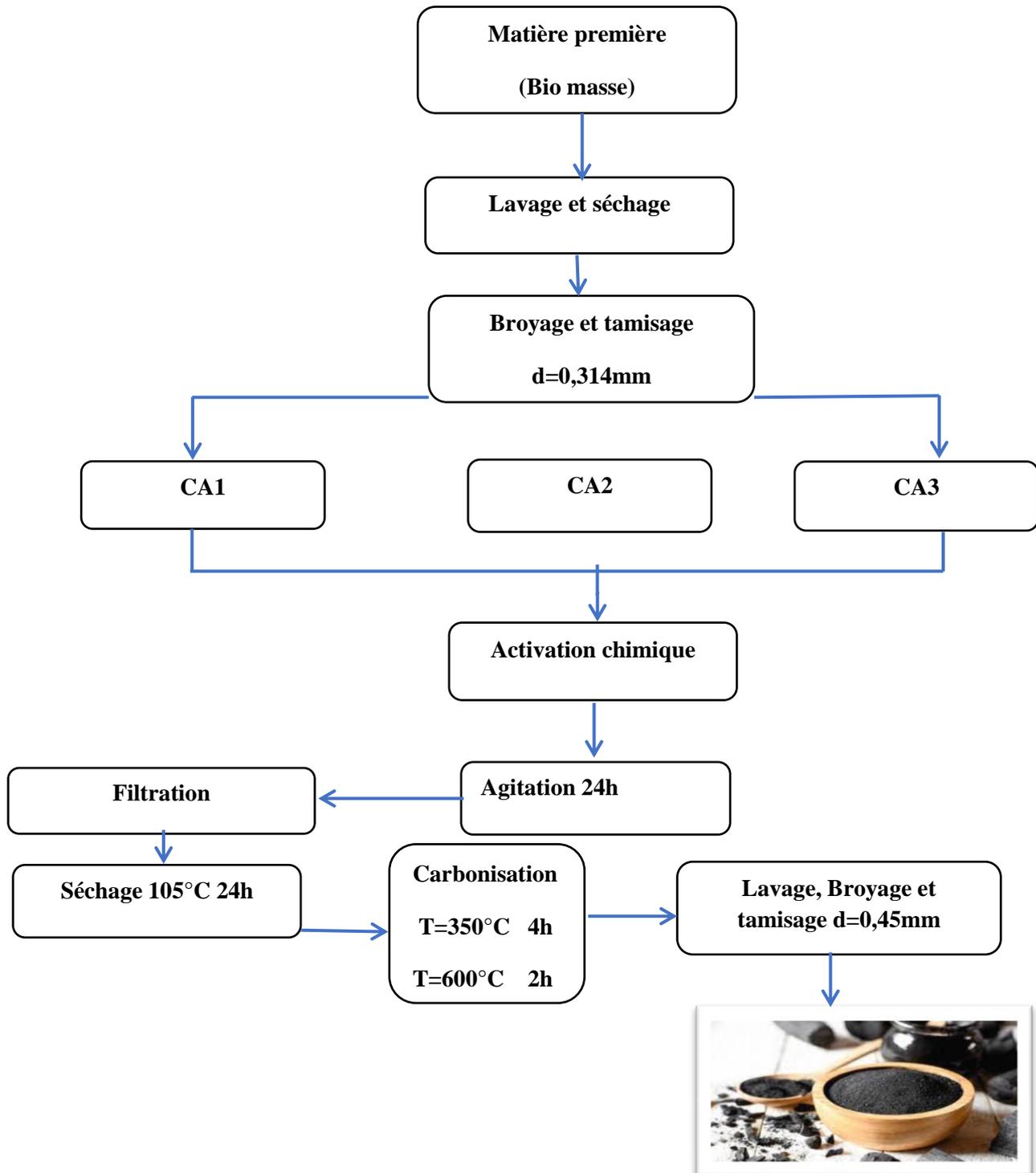


Figure II -2 : Diagramme schématique du processus de classique du charbon actif

II.2 Caractérisation de charbon actif

II.2.1 Méthode de Burn-off

Burn-off représente la perte de masse de la matière imprégnée par un agent chimique due au traitement thermique à l'étape d'activation.

$$\text{Burn - Off (\%)} = \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse initiale de l'adsorbant et m_f : masse finale de l'échantillon (après rinçage) exprimées en (g).

$$\text{Rendement} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 : la masse initiale de la biomasse.

II.2.1.1 Résultat pour Burn-off et le rendement

Tableau II -1 : Les valeurs de burn-off et rendement pour les trois charbons actifs.

Charbons actifs	CA ₁	CA ₂	CA ₃
Burn- off	24,59	22,15	40,6
Rendement (%)	75,41	77,85	59,44

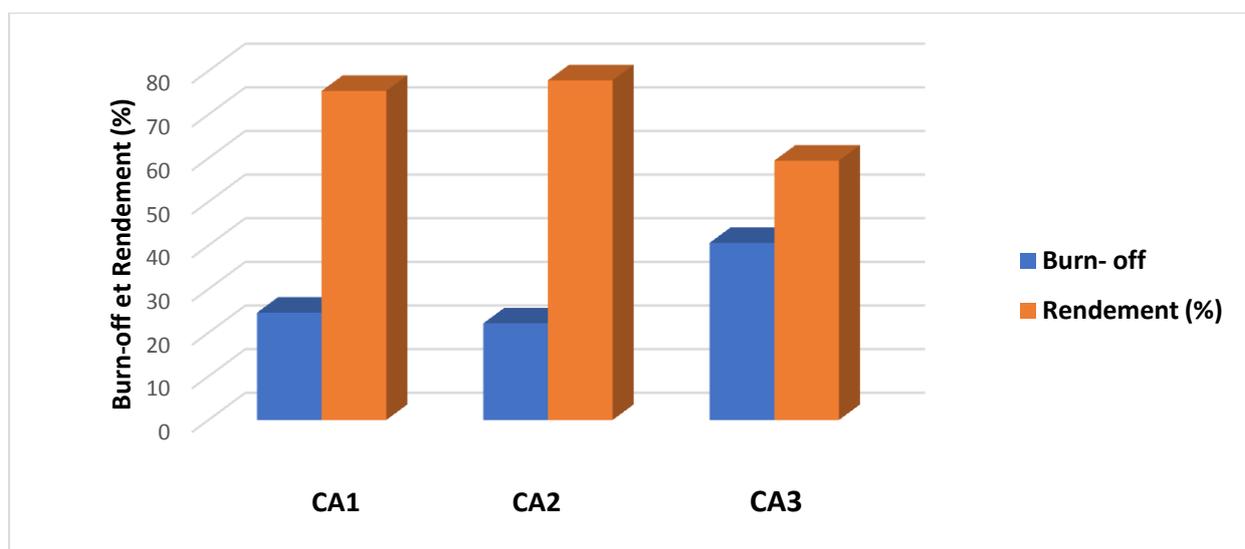


Figure II-2 : Les résultats de burn-off et le rendement pour les trois charbons actifs préparés.

Cet histogramme représenté les résultats de rendement et de burn-off pour les trois charbons actifs préparés.

D'après ces résultats nous avons obtenu un meilleur rendement pour le charbon actif numéro03.

II.2.2 Indice d'iode

L'indice d'iode fournit une indication sur la microporosité du charbon actif. C'est le nombre de milligrammes d'iode adsorbé par gramme d'adsorbant à une concentration résiduelle de 0,02N [20].

II.2.2.1 Mode opératoire

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif il faut :

- 1) Une solution d'acide chlorhydrique de concentration 5% (v/v)
- 2) Une solution d'iode 0,1N
- 3) Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1N

On pèse 0.2g de chaque adsorbant préparé qui a été séché auparavant à 150°C dans l'étuve pendant 3 heures, on le transpose dans un flacon, ajouter 10 mL de HCl et remue doucement jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé, on porte à ébullition pendant 30 secondes, laisse refroidir à température ambiante, transpose 100 ml de la solution d'iode dans le flacon, le bouche immédiatement et agite rigoureusement pendant 30 secondes, on filtre, ensuite on écarte les 20 à 30 mL du filtrat et récupérer le reste dans un bécher. On Pipete 50 cm³ du filtrat dans un erlenmeyer propre de 250 mL, titre avec Na₂S₂O₃ jusqu'à ce que la solution devienne jaune pâle, y ajoute 2 ml d'amidon ou de thiodène fraîchement préparé et titre goutte à goutte jusqu'à ce que la solution devienne transparente on note le Volume V' et calcule l'indice d'iode comme suit :

$$\text{Indice d'iode (mg/g)} = \frac{((v' - v) \times N \times 126,93)}{m} \quad (3)$$

m : La masse de charbon actif (g).

V' : Volume de thiosulfate pour le titrage à blanc.

V : Volume de thiosulfate pour le titrage après adsorption.

N : La normalité de la solution de thiosulfate utilisée.

II.2.2.2 Résultat pour l'indice diode

Tableau II -2 : Propriété de texture obtenue par des études de l'indice d'iode.

	Charbons actifs		
	CA_1	CA_2	CA_3
Indice d'iode ($mg.g^{-1}$)	456,948	507,72	736,194

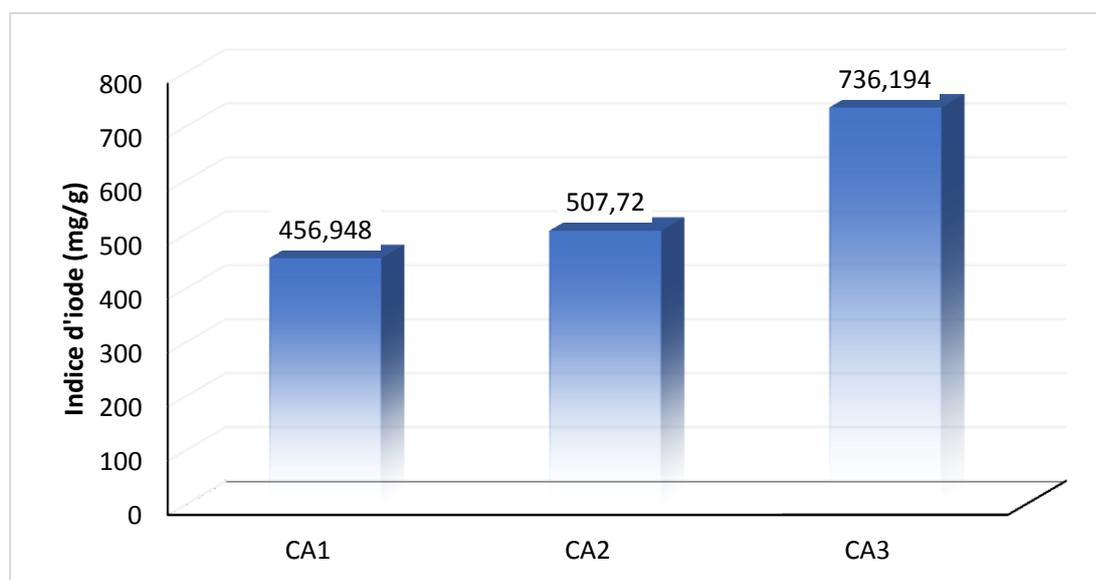


Figure II-3 : Résultat d'analyse de l'indice d'iode

D'après les résultats obtenus, nous remarquons le charbon actif 3 (CA3) présente une bonne microporosité comparativement aux charbons actifs 2 et 1.

II.2.3 L'indice du Bleu de Méthylène

L'indice du bleu de méthylène donne une idée sur la surface disponible pour les adsorbants micro et mésoporeux. La surface occupée par une molécule du bleu de méthylène est estimée à 130 \AA^2 [21].

Pour déterminer l'indice de BM de chaque charbon actif, il faut :

- 1- Une solution d'acide acétique (0,25%) ;
- 2- Une solution d'acide acétique (50%) ;

3- Une solution de BM de concentration (1200mg /L) ;

4- Pipeter des concentrations différentes de solution de BM (120 mg/L), les mettre dans des fioles 100 mL et diluer avec acide acétique (0,25%) jusqu'à trait de jauge (1L).

II.2.3.1 Mode opératoire

Une masse de 0,1g de charbon actif est introduite dans un bécher, mélangée à 25mL de solution de BM à 1200 mg/L est agitée pendant 30 min. Après filtration le filtrat est analysé par spectrophotométrie à 620 nm. La quantité de BM adsorbée est calculée à partir de l'équation suivante :

$$\text{Indice du Bleu Méthylène (mg/g)} = \frac{(C_0 - C_{eq})V}{m}$$

C_0 : concentration initiale de l'adsorbat (mg/L).

C_{eq} : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).

m : masse d'adsorbant (g).

V : volume d'adsorbat (L).

II.2.3.2 Dosage par spectrophotométrie

L'analyse spectrophotométrie est fondée sur l'étude du changement d'absorption de la lumière par un milieu, en fonction de la variation de la concentration d'un constituant.

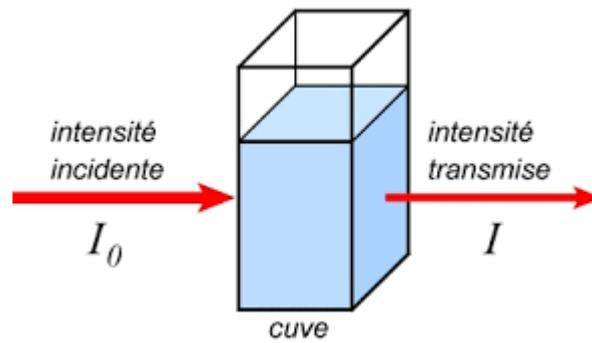
En analyse spectrophotométrie, on utilise une lumière sensiblement monochromatique. Cette méthode d'analyse est intéressante car elle permet de travailler sur de faibles quantités de substance et est non destructive vis-à-vis de l'échantillon : elle s'applique à un très grand nombre de dosages.

II.2.3.3 Loi d'absorption

Les lois générales d'absorption sont valables pour les spectres d'absorption dans les domaines ultraviolets et visibles.

II.2.3.4 Loi de BEER LAMBERT

Soit un faisceau de lumière monochromatique traversant une épaisseur l de solution d'un corps adsorbant. Soit I_0 intensité incidente à l'entrée de la solution et I l'intensité transmise à la sortie, C la concentration du corps absorbant et ℓ l'épaisseur de la cuve.



La loi de Beer Lambert s'exprime sous la forme suivante

$$A = \log(I_0/I) = \log(1/T) = k C \ell$$

Avec :

T : facteur de transmission ou transmittance.

A : absorbance ou densité optique.

C : concentration massique du composé dosé.

I, I_0 : intensité du faisceau émergent et incident.

k : coefficient spécifique d'absorbance

ℓ : épaisseur de la cuve.

II.2.2.4 Courbe d'étalonnage du Bleu de Méthylène

Tableau II - 3: Résultats de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène $\lambda_{\max} = 620\text{nm}$.

$C(\text{mg/L})$	ABS
0	0,000
1,2	0,115
2,4	0,236
3,6	0,356
4,8	0,477
6,00	0,596

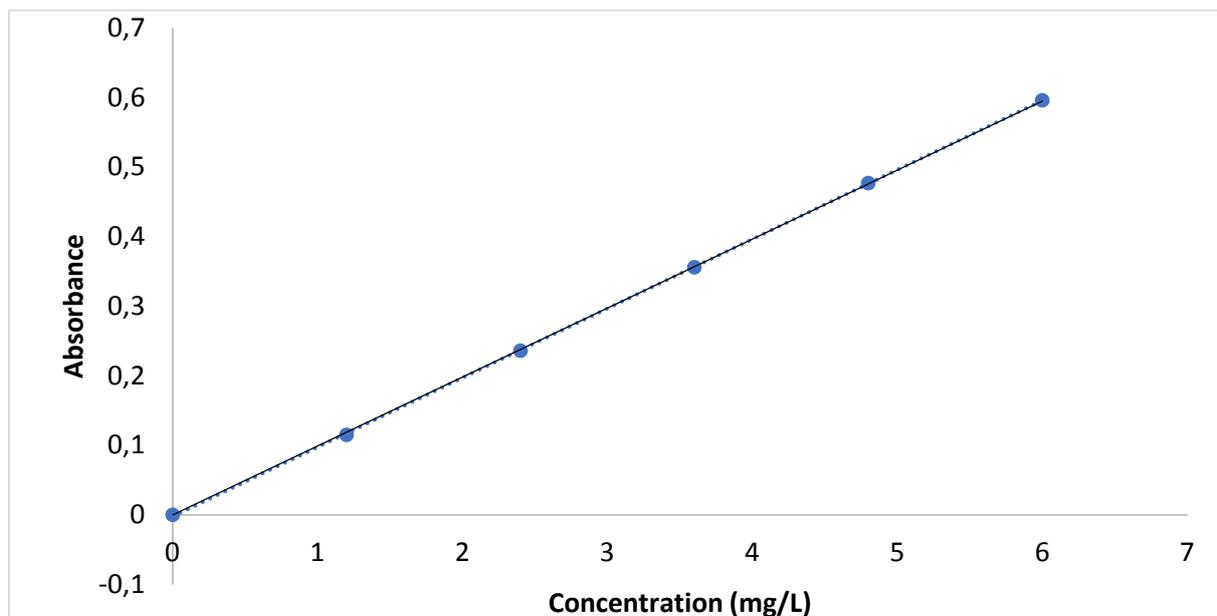


Figure II-4 : Courbe d'étalonnage du Bleu de Méthylène.

L'équation de la droite donnant l'absorbance en fonction de la concentration du bleu de méthylène est $Abs = 0,0991 C$ avec un coefficient de régression $R^2 = 0,9999$. Ce qui peut être considéré comme un bon ajustement linéaire. Cette équation est utilisée pour calculer la concentration résiduelle du Bleu du Méthylène.

II.2.4.1 Résultat pour l'indice bleu méthylène

Tableau II-4 : Valeur de l'indice du bleu de méthylène pour les trois charbons actifs préparés

	<i>Charbons actifs</i>		
	CA_1	CA_2	CA_3
Indicede BM (mg/g)	15,94	9,88	23,007

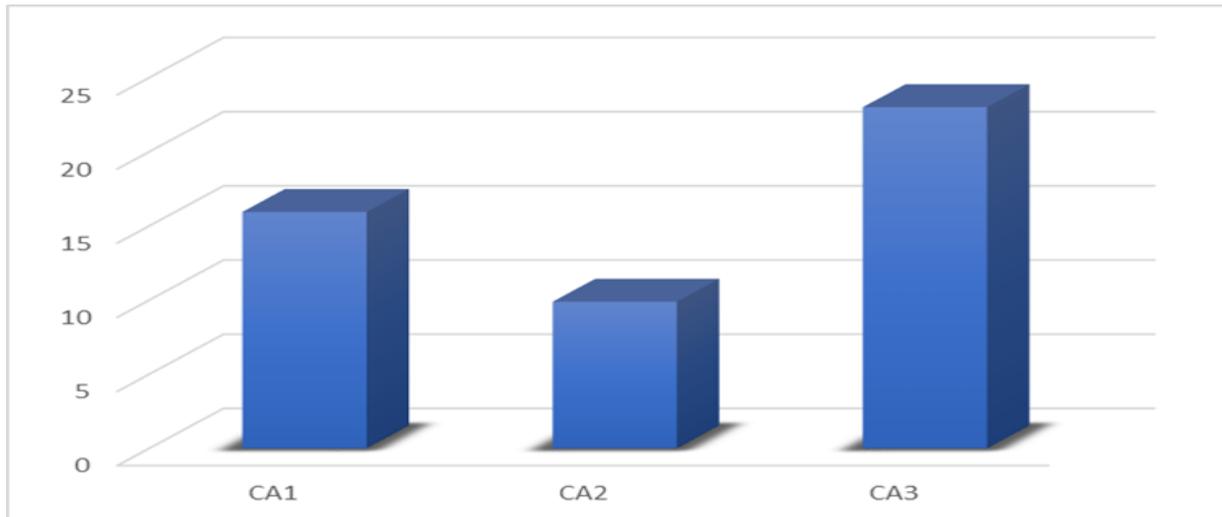


Figure II -5 : Résultat de l'indice bleu méthylène pour trois charbons actifs.

D'après ces résultats on remarque que le charbon actif 3 absorbe une grande quantité importante de bleu de méthylène par rapport aux charbons actifs 1 et 2, ce qui indique que le charbon actif 3 possède une mésoporesité très importante par rapport aux charbons actifs 1 et 2.

II.2.5 Méthode de pH de Point de Charge Zéro (PHP cz)

Le PHP CZ est défini comme étant le pH pour le quel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du charbon actif.

II.2.5.1 Mode opératoire

On prend un volume 50 mL d'une solution de NaCl (0,01 M) est placé dans de flacons à bouchons, le pH est ajusté de 2 à 12 en ajoutant l'hydroxyde de sodium ou l'acide chlorhydrique concentré ; 0,15 g de charbon actif est ensuite ajouté aux solutions de NaCl. Après 48 heures d'agitation le pH final est mesuré. On trace le pH final en fonction du pH initial. Le pH qui correspond au point d'intersection avec la ligne $\text{pH (final)} = \text{pH (initial)}$ est le pH_{PCZ} du charbon actif [22].

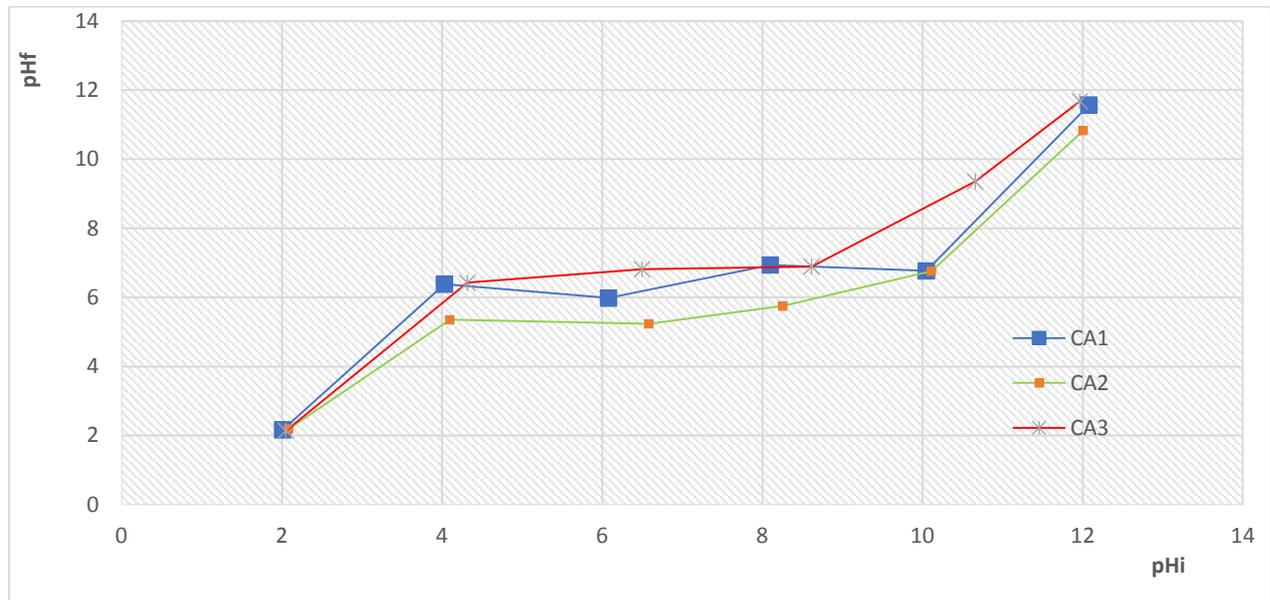
II.2.5.2 Résultat pour pH_{pcz}

Figure II -6 : Représentation du pH_{pcz} des trois charbons actifs préparé.

Tableau II -5 : Résultats du pH_{pcz} des trois charbons actifs.

	CA1	CA2	CA3
PH _{pcz}	5,98	5,5	2,8

Les résultats du pH_{pcz} pour les trois charbons actifs préparé montrent qu'ils sont naturellement acides. Le PHP CZ est défini comme étant le pH pour le quel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du charbon actif.

Si l'espèce à éliminer est chargée positivement, la répulsion se produit lorsqu'il pH du soluté est inférieur à pH_{pcz}. Donc cela entraîne une diminution de la capacité d'adsorption, par contre, lorsque le pH du soluté est supérieur au pH_{pcz}, il y a une force d'attraction, donc la capacité d'adsorption augmente, et si l'espèce à éliminer est chargée négativement, il est de charge opposée.

II.2.6 Méthode de Boehm

Méthode Boehm Parmi les nombreuses méthodes de détermination des groupements fonctionnels de surface sur charbon actif, nous avons choisi la méthode Boehm car elle est

facile à mettre en œuvre, tout en nécessitant peu de produits, elle permet de mesurer la quasi-totalité des groupements acides oxygénés, Boehm a identifié quatre méthodes sur charbon actif acide groupes fonctionnels. La différence entre les acides de différentes forces se distingue par des bases d'alcalinité croissante ; les bases sont $NaHCO_3$, Na_2CO_3 , NaOH.

$NaHCO_3$ Affiche des groupes carboxyle, Na_2CO_3 détecte des groupes carboxyle et octane et NaOH détecte des groupes carboxyle, octane et phénol.

II.2.6.1 Mode opératoire

Dans les bases suivantes : $NaHCO_3$, Na_2CO_3 , NaOH. Après filtration de la suspension, l'excès de base a été renvoyé avec une solution de HCl (0,1 N). A partir des courbes de titrage, la nature des sites contenus dans le charbon actif a été déduite par la méthode de Boehm. Placer du charbon actif de masse 0,15 g dans des fioles jaugées, ajouter 50 mL de chaque base à une concentration de 0,1 N dans chaque fiole jaugée et maintenir l'agitation pendant 48 heures. Après filtration, déterminer la quantité de base consommée par le charbon actif en titrant un volume connu de filtrat (10 mL) avec de l'acide chlorhydrique (0,1 N). En fait le même mode opératoire pour les deux autres charbons actifs.

II.2.6.2 Résultat pour Boehm

Tableau II -6 : Résultat d'analyse pour Boehm pour les trois charbons actifs

Charbon actif Groupement	CA ₁	CA ₂	CA ₃
Groupes Carboxylique (meq-g.g ⁻¹)	0	0	0
Groupes lactones (meq-g.g ⁻¹)	1	3,66	1,5
Groupes phénolique (meq-g.g ⁻¹)	3,3	2,33	3,5
Groupes Acides (meq-g.g ⁻¹)	4,3	6	5
Groupes basiques (meq-g.g ⁻¹)	2,16	1,51	2,3

Sur la base des résultats obtenus par cette expérience, nous n'avons pas eu la possibilité de calculer la présence du groupe carboxyle dans les trois charbons et la présence des groupes incorporés restants (lactones, phénolique, acides et basiques) dans les trois charbons actifs.



CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

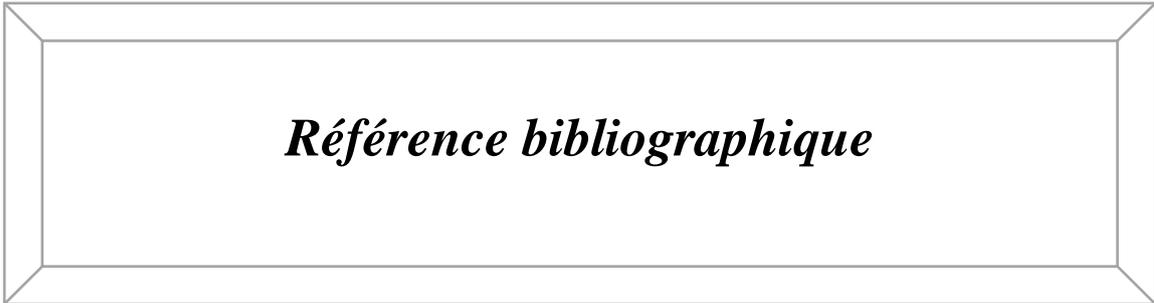
Conclusion générale

La pollution de l'eau par la matière organique est un problème mondial, et sa forme et son degré varient selon le niveau de développement de chaque pays.

Notre étude a été réalisée en deux étapes, le premier est la fabrication du charbon actif à partir d'un déchet solide par différentes méthodes, la seconde étape est la caractérisation des charbons activés obtenus.

Afin de juger la performance de notre charbon préparé, nous avons procédé à sa caractérisation par plusieurs techniques, la première technique est de mesurer le rendement de l'activation ainsi que le burn-off, la deuxième technique est de comprendre la porosité de notre charbon actif, nous avons trouvé, alors, un indice d'iode de 456,948 mg/g pour CA1, 507,72 mg/g pour CA2 et 736,194 mg/g pour CA3. Concernant l'indice du bleu de méthylène, on a trouvé 15,94 pour CA1 ; 9,88 pour CA2 et 23,007 pour CA3. La troisième méthode est la méthode Boehm, qui permet de déterminer les groupes fonctionnels présents sur la surface de notre charbon actif (groupe carboxyle, groupe lactone, groupe phénol, groupe acide, groupe basique). La quatrième méthode est la caractérisation chimique du charbon actif, les valeurs de pH_{pzc} des trois charbons sont pH_{pzc}(CA1)=5,98; pH_{pzc}(CA2)=5,5 et pH_{pzc}(CA3)=2,8.

Ce travail a permis d'élaborer des matériaux peu coûteux et rentables pour des procédés d'épuration des eaux, contribuant ainsi à la protection de l'environnement qui reste un défi à relever pour les générations futures.



Référence bibliographique

REFERENCE BIBLIOGRAPHIE

Référence bibliographique

- [1] **A. Marwa, p. Siham**, Étude de la sorption du colorant bleu de méthylène à l'aide de restes de palmier dattier (base de la fronde) Mémoire de maîtrise universitaire, Collège des sciences et technologies, Université Martyr Hama Lakhdar, Al-Wadi, 2018
- [2] **T. Robinson, G. McMullan, R. Marchant, P. Nigam**, Remediation of dyes in textile effluent: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative, *BioresourTechnol*, 77 (2001) 247-255
- [3] **B. parfumé, i.Al-zahra** Préparation et identification d'un adsorbant à partir de résidus de palmier (feuilles) et son application dans la dépollution de l'eau avec un colorant au bleu de méthylène Mémoire de maîtrise universitaire, Faculté des sciences et technologies, Université Martyr Hama Lakhdar, Al-Wadi 2019.
- [4] **I. Fernandez**, Thèse pour l'obtention du grade de Docteur ès Sciences ; Université de Granada ; Étude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous, 2002
- [5] Preparation and characterization of activated carbons from corn cob. LEE, C.Y.C.a.S.L.. Taipei: Department of environmental Engineering and health, 1997.
- [6] Kinetic and calorimetric study of the adsorption of dyes on mesoporous activated carbon
- [7] Notre Magazine Environnement - Autorité Publique de l'Environnement - Numéro 94, page 36
- [8] **M. Smisek, And S. Cerny**, Active Carbon Manufacture, Properties and Applications, Elsevier Pub., Comp., New York, 1970.
- [9] **J. W. Hassler**, Purification with activated carbon: Industrial, commercial, environmental. New York: Chemical Publishing, 1974.
- [10] **Mme. T. DJIDEL**, étude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives et application sur des rejets industriels, diplôme de Magister, Université des Sciences et de la Technologie Med-BOUDIAF d'Oran, 2011.
- [11] **J. Blanco Castro, P. R. Bonelli, E. G. Cerella, and A.I. Cukierman**, Phosphoric Acid Activation of Agricultural Residues and Bagasse from Sugar Cane: Influence of the Experimental Conditions on Adsorption Characteristics of Activated Carbons, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 39, 4166-4172. négligeable par rapport à celles dans les micropores et les mésopores, 2000.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIE

- [12] **I. Ben Ashoura, et K. Hamiti**, une tentative d'élimination du colorant bleu de méthylène de sa solution aqueuse à l'aide de charbon de bois le stimulant produit à partir des déchets d'os de poulet, note maîtresse, Ouargla, Université KasdiMerbah, 2019, p.88
- [13] **A. Kamrcho**, the Use of Activated Carbon Prepared from Date Palm Derivatives (Degla Date Kernel) in Urban Wastewater Treatment A Comparative Study, PhD Thesis, Ouargla, KasdiMerbah University, 2017, pp. 20, 21, 07, 01, 08, 18, 12, 27
- [14] **D. Bamba**, et al, Etudes comparées des méthodes de préparation du charbon actif, suivies d'un test de dépollution d'une eau contaminée au diuron, J, soc. Ouest-Afr, Chim 028, 2009, p 41 – 52.
- [15] **M.A. LILLO-RÓDENAS, D. CAZORLA-AMORÓS, et A. LINARES-SOLANO**, Understanding chemical reactions between carbons and NaOH and KOH: an insight into the chemical activation mechanism. Carbon, 2003, vol. 41, no 2, p. 267-275
- [16] **K.B. Tan** et al. 2015. Separation and Purification Technology, 150, 229–242.
- [17]: **S. Sadia**, T. Arifa, Yongsheng Chen. 2016. Nanomaterials, 6, 209
- [18] Hu et al. 2005 ; Carabante et al. 2009 ; Fan et al. 2012. Science of the Total Environment, 424, 1–10
- [19] **ASTMD 2866-70** Total Ash Content of Activated carbon. Extracts were repinted; with permission from the Annual book of ASTM Standartcopyright, ASTM. 1916 Race Street, Philladelphia PA19103
- [20] **Melle. N. DOUARA**, etude de la fixation de colorants par un dechet solide modifie chimiquement en mode batch. Mémoire de magister Université de Mostaganem (2007-2008)
- [21] **M. Goyal, S. Singh, and R.C. Bansal**, CarbonSci. 5, 170. 2004.
- [22] **K.M. Kifuani, W.M. Mukana, D.P. Ndelo, F. Nsuadi, et S. Mubo**, Caractérisation des Charbons de Bagasse, Ntola et Lifaki obtenus après imprégnation des sciures végétales dans L'acide phosphorique et activation thermique. Rev. Cong. Sci. Nuc. 18 (2002) 135 – 144